

## 陽極酸化アルミナ膜の光学特性と光素子への応用に関する研究

著者	黄 礼豊
号	1453
発行年	1992
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/6726">http://hdl.handle.net/10097/6726</a>

氏 名	Huang	Li	Feng
	黄	礼	豊
授 与 学 位	博 士 （ 工 学 ）		
学位授与年月日	平成 5 年 3 月 25 日		
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 1 項		
研究科、専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 電気及通信工学専攻		
学 位 論 文 題 目	陽極酸化アルミナ膜の光学特性と光素子への 応用に関する研究		
指 導 教 官	東北大学教授 宮城 光信		
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 宮城 光信	東北大学教授 米山 務	
	東北大学教授 川上彰二郎	東北大学助教授 斉藤 光徳	

## 論 文 審 査 要 旨

### 1. はじめに

新しい光学素材として、本研究では陽極酸化アルミナ膜を取り上げた。陽極酸化アルミナ膜は図 1 に示すモデルのように多孔質構造を持ち、可視から中赤外にわたる広い波長範囲で透明な材料である。膜中に基板と垂直に立つ円柱状の空孔（ポアと呼ばれる）の直径はほぼ均一であり、成膜条件によって数十から数百  $\text{\AA}$  になり、その間隔もほぼ規則的で、数百から数千  $\text{\AA}$  になっている。このような光波長より小さいスケールの微細構造を持つアルミナ膜のポア中に様々な材料を封入することにより、様々な特性を持つ人工誘電体を容易に作れると期待される。また、陽極酸化アルミナ膜の形成速度は、気相成長法などと比べると、数十から数百倍ほど速く、製作装置や工程も簡単である。本研究では、硫酸で形成した陽極酸化アルミナ膜の微細構造と膜の光学特性との関係を調べ、光学素子への応用例として安価な偏光子の製作方法を検討した。

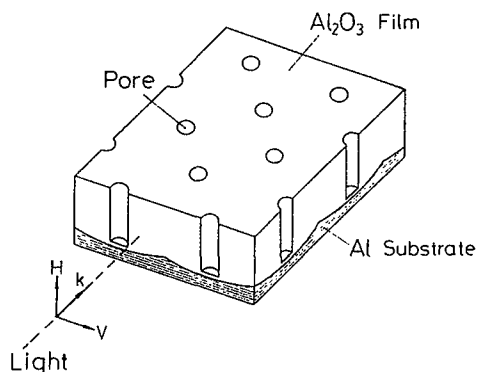


図 1. 陽極酸化アルミナ膜の構造モデル

## 2. 陽極酸化アルミナ膜の微細構造と光学特性

陽極酸化アルミナ膜の微細構造は小さいため、通常の電子顕微鏡での観察で膜中のポアサイズと形状を定量的に分析することは困難である。そこで水銀圧入法を用いてポア径と形状を測定した。図2に水銀圧入法で測定した膜厚方向に沿ったポアの半径の変化を示す。ポア径は基板側から膜の表面に向かって徐々に大きくなっており、形状は円錐状になっている。その原因は酸化中にアルミナが硫酸へ溶解するためである。図中の○は酸化硫酸に浸漬しなかったアルミナ膜で、●、△及び▲はそれぞれ酸化後硫酸へ15分、30分及び45分間浸漬した膜を表しており、硫酸での浸漬でアルミナが溶解することによってポア径が次第に拡大されることを示している。このことから、製作条件や硫酸への浸漬によりアルミナ膜の微細構造を制御できることが分かる。

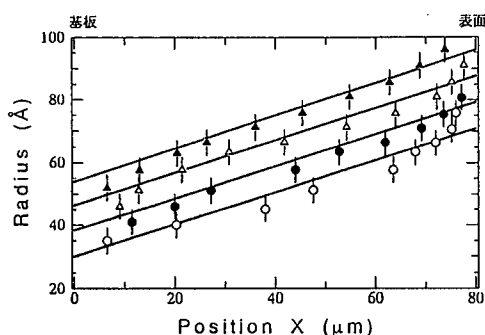


図2. 水銀圧入法によって測定したポアの半径と形状

円錐状のポアによってアルミナ膜に光学異方性と分布が生じる。図3に顕微鏡下で二光束干渉法によって測定したアルミナ膜の屈折率と複屈折の分布を示す。アルミナ母材の屈折率は1.62前後であるが、ポアの影響で膜の実効的な屈折率はそれより小さくなる。ポアが円錐状になっているので、屈折率は表面付近ほど小さくなり、グレーデッドインデックス型の屈折率分布が生じている。また、構造異方性のため、ポアに平行な偏光（H 偏光）に対する屈折率（●）はポアに垂直な偏光（V 偏光）に対する屈折率（○）よりやや大きくなっており、それらの差、即ち複屈折は表面付近ほど大きくなっている。実効的な屈折率と複屈折はポア径に依存するだけでなく、封入材料によっても大きく変化すると予想される。

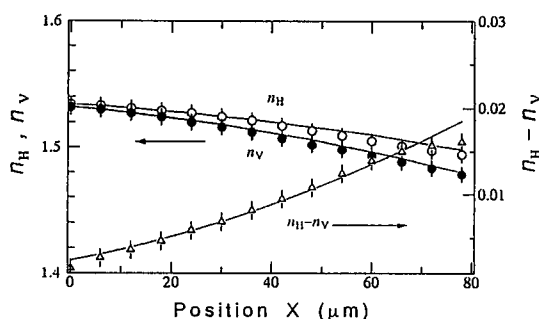


図3. 二光束干渉法で測定したアルミナ膜の屈折率と複屈折

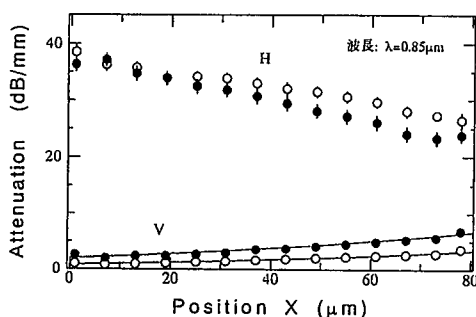


図4. アルミナ膜中の光透過損失の分布

アルミナ膜の光透過損失特性を図4に示す。V 偏光に対しては、ポア径が大きい表面付近ほど損失が大きくなり、また硫酸への浸漬時間が長いほど大きくなっている。この実験結果は散乱理論で予測した値とよく一致しているので、ポアによる

散乱がV偏光の主な損失要因であることが分かった。H偏光に対しては、V偏光よりはるかに大きな損失になり、損失の分布もV偏光とは逆になっている。また、H偏光の損失は酸化電流密度に大きく依存し、酸化電流が大きいほど損失が大きくなる傾向がある。したがって、H偏光に対する損失はポアによる散乱ではなく、他に大きな損失原因が存在していることが分かった。

### 3. 低温で酸化したアルミナ膜の偏光特性の評価

大電流密度で酸化したアルミナ膜は大きな偏光特性を持つので、偏光子として有望な材料である。しかしながら、常温での酸化では酸化電流が大き過ぎるとジュール熱により膜が割れたり、基板が溶解したりするので、均質で厚い膜を得ることが困難である。これを解決するために低温酸化法を検討し、酸化時にアルミニウム基板を効率よく冷やす酸化装置を製作した。常温での酸化では厚さが最大 $150\text{ }\mu\text{m}$ の膜しかできなかったが、低温での酸化により $280\text{ }\mu\text{m}$ までの厚い膜を作ることができた。酸化温度の変化によるアルミナ膜の光透過損失の変化を図5に示す。H偏光では酸化温度が低いほど損失が大きくなるが、V偏光では顕著な損失変化は見られず、低温で酸化するほどアルミナ膜の偏光特性が大きくなることを示している。酸化電圧の変化によるアルミナ膜の光損失の変化を図6に示す。酸化電圧の変化によってH偏光の損失は大きく変化するのに対し、V偏光の損失はあまり変化しない。H偏光の損失にはピークが現れている。0℃、26Vで酸化したアルミナ膜は $40\text{ dB/mm}$ 以上の消光比を持ち、低温で陽極酸化したアルミナ膜が偏光子として機能することが示された。

陽極酸化アルミナ膜に高い偏光特性が生じる原因は、膜中にポアと平行に残る細い未酸化の金属アルミニウム柱によるH偏光の強い吸収・散乱と推定され、これを実証するために誘導結合プラズマ（ICP）発光分光分析法でアルミナ膜に含まれる未酸化の金属アルミニウムの量を測定した。測定した結果には、アルミナ膜中に残留した金属アルミニウムの量はH偏光に対する損失と同じ傾向を持つことを示した。H偏光の損失あるいはアルミナ膜の偏光特性が生じる原因は、膜中に基板と垂直に立つ金属アルミニウムの柱による吸収・散乱であることが分かった。

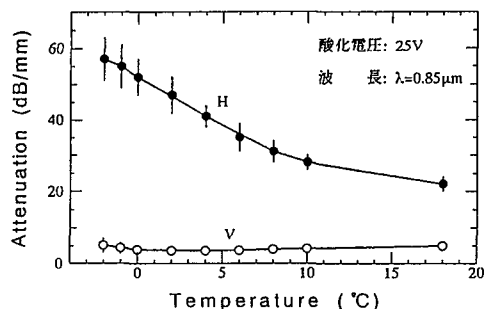


図5. 酸化温度の変化によるアルミナ膜の透過損失の変化

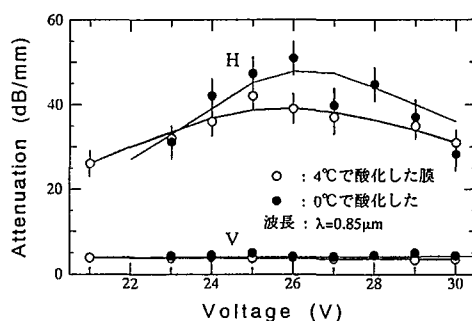


図6. 酸化電圧の変化によるアルミナ膜の透過損失の変化

#### 4. 陽極酸化アルミナ膜を用いた偏光子の試作

低温で陽極酸化したアルミナ膜の高い偏光特性を生かす偏光子の製作法を検討した。光ファイバーのような小さいビーム径の光学系では1枚のアルミナ膜を偏光子として使用できる。より大きなビーム径を持つ光学系には口径の拡大が必要である。口径を拡大する方法の一つは多数のアルミナ膜を積層することである。膜と膜の接着剤層の光の漏れによって消光比が大きく低下するのを改善するために、多数の膜を積層した試料を光路方向に重ね合わせた。接着剤層をずらすことによって漏れ光の影響を低減でき、消光比が増大した。このようにして、30dB/mm以上の消光比を持つ、開口幅3mmの偏光子を製作した。

さらに大きい開口径を持つ偏光子の製作方法として、アルミナ膜に斜めに光を入射させることを検討した。膜表面に垂直に立つ金属アルミニウム柱はP偏光には損失を与えるが、S偏光にはあまり影響を与えないので、偏光特性が生じる。実際では、厚さ230 $\mu\text{m}$ のアルミナ膜に60°で斜めに入射すると約15dB以上の消光比が得られた。この時の挿入損失は1.5 $\mu\text{m}$ において約2dBであった。プリズムでアルミナ膜を夾むことによって反射損失をさらに低減でき、実用的な大口径偏光子を製作できると予想される。

#### 5. まとめ

光機能素子への応用を主な目的として、陽極酸化アルミナ膜の微細構造と光学特性について調べ、アルミナ膜を利用して高性能で安価な偏光子を製作する方法を検討した。

## 審 査 結 果 の 要 旨

光通信, 光記録, あるいは光センシングに代表される光利用技術の進展につれて, 各種の新しい光学素子が求められており, それに対応して様々な機能を持つ人工誘電体や半導体などの機能性素材の研究開発が盛んに進められている。その中で, 著者は膜形成法が簡単で, しかも構造が特異な陽極酸化アルミナ膜に着目し, その光学特性を明らかにすると共に, 大口径偏光子実現の可能性を示した。本論文はその結果をとりまとめたもので, 全文7章よりなる。

第1章は序論であり, 本研究の背景と目的について述べている。

第2章では, 陽極酸化アルミナ膜の特異な構造に起因する光学特性を評価する為に, 幾つかの解析結果を比較し, 各理論間の関係を明らかにしている。

第3章では, 水銀圧入法を用い, 硫酸浴で形成したアルミナ膜の微細構造を分析している。アルミナ膜の成長と硫酸への膜の溶解により, ポアの形は円錐状になっていることを初めて明らかにしている。更に, 酸化条件や後処理条件によってポアの形状を制御できる事も示している。これはアルミナ膜を光素子へ応用する上で重要な知見といえる。

第4章では, ポアの影響によるアルミナ膜の実効屈折率と異方性, 及び膜に垂直な方向でのそれらの分布を測定し, 理論予測結果と良く一致することを示している。また, 光損失を測定した結果, ポアに平行な偏光(H 偏光)の損失は垂直な偏光(V 偏光)の損失よりはるかに大きくなること, この性質を用いることにより, 硫酸で酸化した膜は偏光子の素材として有望であることを述べている。更にV 偏光の損失は主にポアによる散乱損失であることも明らかにしている。

第5章では, 低温酸化用の酸化装置を製作し, 均質で偏光特性のよいアルミナ膜を製作するための酸化電圧, 酸化温度などの条件を明らかにしている。更に, 著者は大きな偏光特性が得られる原因は残留アルミニウムにあると理論的に推論し, このことを検証する為に, ICP 発光分光法を用い, アルミナ膜中の未酸化アルミニウムの検出に成功した。このことは高く評価しうる成果である。

第6章は, 第5章の結果に基づき, 膜の積層, あるいは光の斜め入射を利用し, 大口径の偏光子を試作した結果について述べている。

第7章は結言である。

以上要するに本論文は, 陽極酸化アルミナ膜の光学特性について多くの有用な知見を与えるとともに, その光素子への応用の可能性を拓いたもので, 光工学および通信工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって, 本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。